



(19) Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 327 963  
A2

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 89101795.6

(51) Int. Cl.4: C11D 11/00 , C11D 11/02

(22) Anmeldetag: 02.02.89



(30) Priorität: 10.02.88 DE 3803966

(71) Anmelder: Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien  
Postfach 1100 Henkelstrasse 67  
D-4000 Düsseldorf 1(DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
16.08.89 Patentblatt 89/33

(72) Erfinder: Jacobs, Jochen, Dr.  
Am Acker 20  
D-5600 Wuppertal(DE)  
Erfinder: Jahnke, Ulrich, Dr.  
Robert-Koch-Strasse 5  
D-4019 Monheim(DE)  
Erfinder: Jung, Dieter, Dr.  
Am Eichelkamp 99  
D-4010 Hilden(DE)  
Erfinder: Löffelmann, Rudolf  
Erlenweg 44  
D-4018 Langenfeld(DE)  
Erfinder: Adler, Wilfried, Dr.  
Schlehdornweg 30  
D-5657 Haan(DE)

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE ES FR IT LI NL

### (54) Verfahren zur Erhöhung der Dichte sprühgetrockneter Waschmittel.

(57) Die Dichte sprühgetrockneter Waschmittel wird ohne Anwendung flüssiger Granulierhilfsmittel dadurch erhöht, daß man das Pulver, das ein Schüttgewicht von wenigstens 350 g/l aufweist, kontinuierlich in eine zylindrische, horizontal angeordnete oder leicht gegen die Horizontale geneigte Mischtrommel mit glatter Innenwand einführt, in welcher axial eine Welle rotiert. Die Welle ist mit radial angeordneten Schlagwerkzeugen ausgestattet, deren Länge (gerechnet von der Mittelachse) 80 % bis 98 % des Innenradius der Trommel beträgt. Die Rotationsgeschwindigkeit der Welle wird so reguliert, daß bei einer mittleren Verweilzeit des Pulvers in der Trommel von 10 bis 60 sec und konstantem Pulverdurchsatz die Froude-Zahl zwischen 50 und 1 200 liegt.

EP 0 327 963 A2

**Verfahren zur Erhöhung der Dicht sprühgetrockneter Waschmittel**

Sprühgetrocknete Waschmittel üblicher Zusammensetzung weisen, je nach Zusammensetzung und Arbeitsweise, im allgemeinen Schüttgewichte von 250 bis 450 g/l (Gramm pro Liter) und nur in Ausnahmefällen von 480 g/l auf. In neuerer Zeit haben Pulver mit höheren Schüttgewichten, beispielsweise von 550 bis 750 g/l in zunehmendem Maße an Interesse gefunden, da sie weniger Verpackungsmaterial erfordern und somit eine Rohstoffersparnis sowie eine Abfallreduzierung ermöglichen.

Es sind darüberhinaus sprühgetrocknete Waschmittel mit Schüttgewichten zwischen 550 und 900 g/l und Verfahren zu ihrer Herstellung bekannt, z. B. aus EP 120 492 (US 45 52 681), jedoch handelt es sich um spezielle, an nichtionischen Tensiden reiche Zusammensetzungen. Ein Zusatz an anionischen Tensiden, insbesondere Seifen, bewirkt eine starke Abnahme des Schüttgewichts auf Werte unter 500 g/l. Auch eine Granulation der Waschmittelbestandteile unter Zusatz von Granulierflüssigkeiten, wie Wasser oder nichtionischen Tensiden, begünstigt hohe Schüttgewichte. Die Granulierung mit Wasser erfordert aber in aller Regel die Anwesenheit größerer Anteile an Kristallwasser bindenden Salzen, meist von Phosphaten wie Tripolyphosphat oder von Soda. Dies bedeutet jedoch ebenfalls eine Einschränkung hinsichtlich der Rezepturfreiheit und erschwert die Herstellung p-freier oder p-armer Waschmittel. Das Aufsprühen von nichtionischen Tensiden steigert andererseits das Schüttgewicht nur geringfügig, sofern nicht größere Anteile davon angewendet werden, was wiederum die Herstellung speziell zusammengesetzter Basis-Pulver mit hoher Saugfähigkeit erfordert.

Die DE-A-25 48 639 lehrt ein Verfahren zur Schüttgewichtserhöhung von granulierten oder sprühgetrockneten Waschmitteln in einer Vorrichtung, die in der Fachwelt unter der Bezeichnung "Marumerizer" bekannt ist und normalerweise dafür verwendet wird, extrudierte Teilchen von unregelmäßiger Gestalt abzurunden. Dieses Gerät besteht aus einem senkrecht stehenden Zylinder mit glatten Seitenwänden und einem oberflächlich aufgerauhten Drehteller, der im unteren Bereich des Zylinders rotiert. Die Vorrichtung ist in erster Linie für intermittierenden Betrieb bestimmt. Die größten verfügbaren Anlagen dieser Art mit einem Durchmesser des Drehtellers von ca. 1m vermögen nur eine Charge von maximal 45 bis 50 kg Turmpulver aufzunehmen. Bei einer Verweilzeit von ca. 10 Minuten des Pulvers in der Vorrichtung gemäß Beispiel 3 der zitierten DE-A ist der Durchsatz, bezogen auf eine durchschnittliche Stundenleistung eines mittleren Sprühturmes von 5 bis 25 t (Tonnen) viel zu gering, bzw. es bedürfte einer sehr großen Zahl von ständig in Betrieb befindlichen "Marumerizern", um mit der Turmleistung Schritt halten zu können. Andererseits ist es unökonomisch, den Turm einschließlich dem aufwendigen Beheizungssystems nur intermittierend zu betreiben und damit an die geringe Leistung des Granulators anzupassen. Es ist auch nicht zweckmäßig, den Turm nur sporadisch für die Produktion des Vorgranulates zu verwenden, dieses zu bevorraten und den Turm in der Zwischenzeit anderweitig zu nutzen. Die DE-A-25 48 639 lehrt nämlich, daß das Vorgranulat bzw. Sprühpulver kurzfristig, d. h. innerhalb weniger Minuten, im "Marumerizer" weiter verarbeitet werden muß, um eine nennenswerte Pulververdichtung zu erzielen.

Es bestand daher die Aufgabe, die geschilderten Nachteile zu vermeiden und ein Verfahren zu entwickeln, das kontinuierlich arbeitet, höhere Durchsatzmengen und kürzere Verweilzeiten erlaubt, eine größtmögliche Flexibilität hinsichtlich der Menge, der physikalischen Beschaffenheit und der Zusammensetzung der Sprühpulver sowie des Produktionszeitpunktes gewährleistet sowie einen geringeren Investitions- und Energieaufwand erfordert.

Gegenstand der Erfindung, mit der diese Aufgaben gelöst werden, ist ein Verfahren zur Erhöhung der Dichte sprühgetrockneter Waschmittel ohne Anwendung flüssiger Granulierhilfsmittel, dadurch gekennzeichnet, daß man das sprühgetrocknete, ein Schüttgewicht von wenigstens 400 g/Liter aufweisende Pulver kontinuierlich in eine zylindrische, horizontal angeordnete oder leicht gegen die Horizontale geneigte zylinderförmige Mischrommel mit glatter Innenwand einführt, in welcher axial eine Welle rotiert, die mit radial angeordneten Schlagwerkzeugen ausgestattet ist, deren Länge (gerechnet von der Mittelachse) 80 % bis 98 % des Innenradius der Trommel beträgt, und daß man die Rotationsgeschwindigkeit der Welle so reguliert, daß bei einer mittleren Verweilzeit des Pulvers in der Trommel von 10 bis 60 sec. und konstantem Pulverdurchsatz die Froude-Zahl zwischen 50 und 1 000 liegt.

Das sprühgetrocknete, den Trockenturm verlassende Pulver (im folgenden kurz als "Turmpulver" bezeichnet) soll im Interesse einer gewünschten hohen Enddichte eine Anfangsdichte (Litergewicht) von wenigstens 350 g/l aufweisen. Vorzugsweise beträgt die Dichte des Turmpulvers mindestens 400 g/l. Spezifisch leichte Turmpulver, beispielsweise solche mit einem Gehalt an Zeolith, lassen sich stärker verdichten als solche, die bereits eine höhere Anfangsdichte aufweisen, jedoch erreichen sie insgesamt ein geringeres Endgewicht als relativ schwere Turmpulver.

Hinsichtlich der Korngröße bzw. des Kornspektrums des Turmpulvers bestehen keine besonderen

Anforderungen. Vielmehr lassen sich nach dem Verfahren Pulver mit einem breiten wie mit engem Kornspektrum verarbeiten. Es ist auch nicht erforderlich, zuvor Grobanteile aus dem Turmpulver auszusieben, so wie dies bei konventionellen Pulvern erforderlich ist. Das Verfahren bewirkt vielmehr, daß grobe Anteile zerkleinert, lockere voluminöse Bestandteile verdichtet, unregelmäßig geformte abgerundet und Feinstanteile kompaktiert werden. Insgesamt bewirkt das Verfahren eine Verringerung der mittleren Korngröße.

Die den Turm verlassenden Pulver können sofort in der erfindungsgemäßen Weise verarbeitet werden. Die Temperatur des Pulvers ist an sich nicht kritisch, insbesondere dann nicht, wenn es gut durchgetrocknet ist, d. h. wenn sein Wassergehalt dem theoretischen Wasserbindevermögen entspricht oder darunter liegt. Bei plastischen, insbesondere wasserreicherem Pulvern, sollte sie jedoch 50 °C, vorzugsweise 40 °C, nicht übersteigen, so wie sie sich im allgemeinen einstellt, wenn man das Pulver pneumatisch fördert. Das Pulver kann aber auch beliebig lange zwischengelagert werden, was aber im allgemeinen nur bei Produktionsunterbrechungen eine Rolle spielt. Vorteilhaft ist stets ein kontinuierlicher Materialfluß, wozu sich das erfindungsgemäße Verfahren auf Grund der kontinuierlichen Arbeitsweise besonders eignet.

Das Pulver soll rieselfähig sein und nicht kleben. Jedoch ist auch die Verarbeitung leicht klebender Pulver möglich, wenn man gleichzeitig wasserlösliche, Feuchtigkeit adsorbierende Salze oder ein feinteiliges Adsorptionsmaterial in den Mischer einführt. Geeignete Salze sind z. B. Natriumsulfat, Soda oder Phosphate bzw. Polyphosphate, die in Anteilen bis zu 20 Gew.-%, vorzugsweise bis zu 10 Gew.-% zugemischt werden können. Geeignete Adsorptionsmittel sind Zeolith und feinteilige Kieselsäure. Bevorzugt wird feinteiliger, d. h. eine Teilchengröße von maximal 10 µm aufweisender Zeolith NaA in Anteilen bis 4 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 3 Gew.-% zugesetzt.

Die für die Ausübung des Verfahrens verwendete Mischvorrichtung besteht aus einer länglichen Mischtrommel von im wesentlichen zylindrischer Gestalt, die horizontal oder mäßig absteigend gegen die Horizontale gelagert ist und mit mindestens einem Einfüllstutzen bzw. -trichter sowie einer Austragsöffnung ausgestattet ist. Im Inneren ist eine zentrale, drehbare Welle angeordnet, die mehrere radial ausgerichtete Schlagwerkzeuge trägt. Diese sollen beim Rotieren einen gewissen Abstand von der glatten Innenwand der Trommel aufweisen. Die Länge der Schlagwerkzeuge soll 80 % bis 98 %, vorzugsweise 85 % bis 95 % des Innenradius der Mischtrommel betragen.

Die Form der Schlagwerkzeuge kann beliebig sein, d. h. sie können gerade oder abgewinkelt, von einheitlichem Querschnitt oder an ihren Enden zugespitzt, abgerundet oder verbreitert sein. Ihr Querschnitt kann kreisförmig oder eckig mit abgerundeten Kanten sein. Auch können verschiedene geformte Werkzeuge kombiniert werden. Bewährt haben sich solche mit tropfen- bis keilförmigem Querschnitt, wobei eine flache, bzw. abgerundete Fläche in die Drehrichtung weist, da mit solchen Werkzeugen der Verdichtungseffekt gegenüber dem Zerkleinerungseffekt überwiegt. Die Werkzeuge können zwecks Vermeidung von Unwuchten diametral paarweise oder sternförmig an der Welle angebracht sein. Als vorteilhaft hat sich eine spiralförmige Anordnung erwiesen. Die Zahl der Werkzeuge ist nicht kritisch, jedoch empfiehlt es sich im Interesse eines hohen Wirkungsgrades sie Abstand von 5 bis 25 cm anzurufen. Weiterhin ist es vorteilhaft, sie drehbar auf der Welle zu montieren, wodurch man die Möglichkeit hat, die horizontale Förderung des Mischgutes dadurch zu beeinflussen, daß man eine ebene Seitenfläche der Werkzeuge unter einem schrägen Winkel in Richtung des Materialflusses einstellt. Die Gestalt der Werkzeuge braucht auch nicht einheitlich zu sein, vielmehr ist es möglich, Werkzeuge mit mehr verdichtender und mehr fördernder Wirkung im Wechsel anzurufen.

Das Fördern des Mischgutes im Mischer kann auch durch zusätzliche Förderschaufeln oder bewerkstelligt bzw. beschleunigt werden. Diese Förderschaufeln können einzeln oder paarweise zwischen den Mischwerkzeugen angeordnet sein. Der Grad der Förderung kann durch den Anstellwinkel der Schaufeln reguliert werden.

Der Innenradius des Mixers beträgt, in Abhängigkeit vom gewünschten Durchsatz, zweckmäßigweise 10 bis 60, vorzugsweise 15 bis 50 cm, seine Innenlänge 70 bis 400 cm, vorzugsweise 80 bis 300 cm und das Verhältnis von Innenlänge zu Innenradius 4 : 1 bis 15 : 1, vorzugsweise 5 : 1 bis 10 : 1. Bei diesen Abmessungen beträgt die Zahl der Schlagwerkzeuge üblicherweise 10 bis 100, meist 20 bis 80. Die Innenwand des Zylinders soll blank sein, um ein unerwünschtes Ankleben des Pulvers zu vermeiden. Bei kleineren Abmessungen liegt die Umdrehungsgeschwindigkeit der Welle unter der Berücksichtigung der Froude-Zahl oberhalb 800 Upm (Umdrehungen pro Minute), meist zwischen 1 000 und 3 000 Upm. Bei größeren Mixern kann sie entsprechend reduziert werden.

Die Verweilzeit des Pulvers im Mischer richtet sich nach der Leistungsfähigkeit der Anlage und nach der Größe des angestrebten Effektes. Sie soll nicht weniger als 10 sec und nicht mehr als 60 sec betragen. Vorzugsweise liegt sie bei 20 bis 50 sec. Sie läßt sich durch die Neigung des Mixers, durch die Form und Anordnung der Schlag- und Förderwerkzeuge und in gewissem Maße auch durch die Menge des

zugeführten und entnommenen Pulvers beeinflussen. So läßt sich durch eine Verkleinerung des Ausgangsquerschnittes ein gewisser Rückstau und damit eine Verlängerung der Verweilzeit in dem Mischer bewirken. Der Mischer soll so betrieben werden, daß nach der Anlaufzeit ein konstanter Pulverdurchsatz erfolgt, d. h. daß die Menge des zugeführten und des entnommenen Pulvers jederzeit gleichgroß und konstant ist.

- 5 Ein wesentliches Maß für den Betrieb des Mixers ist die Froude-Zahl, eine dimensionslose Zahl, die durch die Beziehung

$$\frac{w^2 \cdot r}{g}$$

10

gegeben ist ( $w$  = Winkelgeschwindigkeit,  $r$  = Länge der Werkzeuge ab Mittelachse,  $g$  = Erdbeschleunigung). Die Froude-Zahl soll 50 bis 1 200, vorzugsweise 100 bis 1 000 und insbesondere 150 bis 800 betragen.

- 15 Als Folge der mechanischen Bearbeitung kann sich das Pulver geringfügig erwärmen. Eine zusätzliche Kühlung ist jedoch im allgemeinen entbehrlich bzw. nur erforderlich, wenn das zugeführte Pulver bei erhöhter Temperatur zum Kleben neigt. Dieses Problem läßt sich jedoch vorteilhaft durch eine vorherige ausreichende Abkühlung des Turmpulvers, beispielsweise bei der pneumatischen Förderung, lösen.

- 20 Werden die vorgenannten Bedingungen eingehalten, ist eine kontinuierliche, störungsfreie Verfahrensdurchführung mit hohen Durchsätzen möglich. Im Mischer läuft dabei ein Vorgang ab, der wie folgt beschrieben werden kann.

- 25 Das eingetragene Pulver wird von den rotierenden Schlagwerkzeugen mitgenommen und trifft auf die Mischerinnenwand, ohne an dieser jedoch haften zu bleiben. Es bildet sich allenfalls kurzfristig ein dünner Pulverbelag, der sich jedoch ständig erneuert und immer wieder die blanke Innenfläche des Mixers zum Vorschein kommen läßt. Die Pulverpartikel beschreiben somit eine spiralförmige Bewegung vom Mischer-eingang zum Mischerausgang. Sofern das Pulver längere Zeit an der Innenwand haftet, so daß sich eine Pulverschicht ausbildet, die von den rotierenden Werkzeugen abgekratzt werden muß, ist das Pulver zu feucht, bzw. zu klebrig, oder auch zu warm. Dieser nichtstationäre Zustand führt dazu, daß das Mischgut sich übermäßig erwärmt und der Mischer sich vollsetzt. Man kann der Entstehung solcher Beläge durch den beschriebenen Zusatz an Adsorptionsmitteln gegensteuern.

- 30 35 40 Die erhaltenen Produkte weisen gegenüber dem eingesetzten Turmpulver ein um 100 bis 200 g/l erhöhtes Schüttgewicht auf, sind ausgezeichnet rieselfähig und bedürfen keiner Nachbehandlung, insbesondere keiner Nachtrocknung und keines Absiebens vergrößerter oder klumpiger Agglomerate. Sie können daher unmittelbar nach dem Verlassen des Mixers, ggf. nach Zumischen weiterer Pulverbestandteile wie Bleichmittel (z. B. Natriumperborat als Monohydrat oder Tetrahydraz), Bleichaktivatoren (z. B. granuliertes Tetraacetylenthylendiamin), Enzymgranulate, Entschäumer (z. B. auf Trägermaterial aufgebrachte Silikon- oder Paraffin-Entschäumer), unmittelbar in die Versandbehälter abgefüllt werden. Selbstverständlich ist es auch möglich, zwei oder mehrere getrennt hergestellte Turmpulver unterschiedlicher Zusammensetzung gemeinsam in dem Mischer zu behandeln oder nur eines davon zu verdichten und ein zweites nachträglich beizumischen.

### Beispiele

45

- Es wurde ein horizontal angeordneter Mischer verwendet, dessen zylindrischer Innenraum einen Radius von 15 cm und eine Innenlänge von 125 cm aufwies. Im Einlaufbereich (Länge 30 cm) waren an der Innenwelle mehrere Förderschaufeln spiralförmig angeordnet. In der anschließenden Mischstrecke zwischen Einlauf und Auslauf waren an der Innenwelle zunächst 5 zugespitzte, an ihren Enden abgewinkelte und anschließend 25 weitere Mischwerkzeuge spiralförmig angebracht, wobei letztere einen keilförmigen Querschnitt mit abgerundeten Ecken aufwiesen. Der Abstand der Werkzeuge zur Innenwand des Zylinders betrug 0,5 cm, woraus sich ein Verhältnis von Werkzeuglänge ab Mittelachse zur Innenwand des Mixers von 96,7 % des Innenradius ergab. Um die Förderwirkung zu unterstützen, waren zwischen den Mischwerkzeugen schräg gestellte Förderschaufeln (Gesamtzahl 10) in spiralförmiger Anordnung angebracht. Die Größe der Ausflußöffnung konnte mittels eines Schiebers reguliert werden. In den folgenden Beispielen 1 bis 3 wurde dieser Schieber so eingestellt, daß sich im kontinuierlichen Betrieb ein leichter Rückstau und damit ein gleichmäßiger Füllungszustand im Mischer bildete. In den Beispielen 1 bis 3 betrug die Rotationsgeschwindigkeit

digkeit 1 500 Upm und die mittlere Verweilzeit betrug 20 bis 60 sec. im Durchschnitt 30 bis 40 sec. Der Mischer wurde mit sprühgetrockneten Pulver beschickt, das nach Verlassen des Turmaustrags über eine pneumatische Förderanlage transportiert wurde und eine Temperatur von 30° - 2° C aufwies.

Die Zusammensetzung der Pulver und der Durchsatz in Tonnen pro Stunde (t/h) sowie das Litergewicht vor und nach der Behandlung sind der Tabelle I zu entnehmen. Die Bestandteile a - m sowie das Wasser und der Hauptanteil des Natriumsulfats (Bestandteil n) entfielen auf das Turmsprühpulver. Der restliche Anteil des Natriumsulfats sowie die Minderbestandteile dienten als Granuliergrundlage und als Hüllsubstanzen für die unter p bis r aufgeführten Bestandteile. Diese wurden zusammen mit dem Perborat (das mit dem Parfüm besprührt worden war) nachträglich dem behandelten Pulver zugemischt. Das dadurch erzielte Schüttgewicht des jeweiligen Fertiggemisches A ist ebenfalls angegeben (jeweils in g/Liter).

Die Abkürzungen bedeuten:		
15	Na-ABS FA + x EO STP AA-MA Phosphonat NTA TAED	Natriumdodecylbenzolsulfonat ( $C_{10-13}$ ) Fettalkohol + x Mol angelagertes Ethylenoxid Natrium-tripolyphosphat (wasserfrei) Acrylsäure : Maleinsäure 3 : 1 (MG 70 000) Ethylendiamin-tetramethylenphosphonsäure-Na <sub>5</sub> -Salz Nitritotriessigsäure-Na <sub>3</sub> -Salz Tetracetylendiamin
20		
25		
30		
35		
40		
45		
50		
55		

Die Pulver erwiesen sich als gut schüttfähig, nicht staubend und lösten sich sowohl beim Einstreuen in die Waschlauge von Hand als auch beim automatischen Einspülen in Haushaltswaschmaschinen schnell, ohne Klumpenbildung und rückstandsfrei.

Bei einem Rütteltest, mit dem eine mechanische Belastung beim Transport der Packungen simuliert wurde, trat keine Entmischung der Pulverkomponenten ein.

In einer weiteren Versuchsreihe wurden jeweils 2 % Zeolith aus der Turmpulver-Rezeptur eliminiert und statt dessen als Pulver während des Mischprozesses zugefügt. Es wurde ein Fertigprodukt B mit noch höherem Schüttgewicht erhalten.

	Zusammensetzung	1	2	3
5	a Na - ABS	6	7	7
	b C <sub>12-14</sub> -FA + 3 EO	1	1,4	1
	c C <sub>12-18</sub> -FA + 5 EO	4,6	3,4	3,8
	d Seife	2	0,5	1,0
	e STP	20	-	-
	f Zeolith NaA	10	25	20
	g AA-MA-Copolymer	1,0	4	3
10	h Phosphonat	0,6	2	2
	i Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	10	7	10
	j Na <sub>2</sub> O ° 3,3 SiO <sub>2</sub>	5	3,5	2,5
	k Celluloseether	0,8	1,1	1,1
	l opt. Aufheller	0,1	0,1	0,1
	m Na-Sulfat, Wasser und Minderbestandteile	Rest	Rest	Rest
	n NaBO <sub>3</sub> · 4H <sub>2</sub> O	15	-	-
20	o NaBO <sub>3</sub> H <sub>2</sub> O	-	10	10
	p TAED	2,5	3,5	3,5
	q Enzym	0,5	0,5	0,5
	r Silikon	0,2	0,2	0,2
	s Parfüm	0,2	0,1	0,2
	Durchsatz (t/h)	1,6	2,7	1,9
	Froude-Zahl	365	385	350
25	Schüttgewicht(g/l)			
	TP vor Verdichtung	545	524	440
	TP nach Verdichtung	595	639	538
	Fertiggemisch A	621	660	573
	Fertiggemisch B	656	700	625
30				

35 Beispiel 4

Ausgehend von einer Zusammensetzung gemäß Beispiel 2 wurde ein Turmpulver mit einem Zeolith-Gehalt von 17 Gew.-% ohne die nichtionische Tensidkomponente (c) und einem auf 1 % verminderten Gehalt an dem Copolymeren (Komponente g) hergestellt. Als 2. Pulverkomponente wurde ein Granulat aus 40 55 Gewichtsteilen Zeolith, 9 Gewichtsteilen des Copolymers, 19,8 nichtionisches Tensid gemäß Komponente (c), 4,2 Gewichtsteilen Natriumsulfat und 12 Gewichtsteilen Wasser verwendet. Beide Pulverkomponenten wurden in den Mischer gemeinsam vermischt, wobei die 2. Pulverkomponente in einer solchen Menge eingesetzt wurde, daß der Gehalt des Fertigprodukte (wie in Beispiel 2) insgesamt 25 Gew.-% betrug. Das Gemisch neigte während des Verarbeitungsprozesses zu Anklebungen im Mischer. Das Schüttgewicht betrug nach dem Verdichten 538 g/l und im Fertigprodukt 573 g/l. Wurden weitere 2 % des Zeoliths aus 45 dem Turmpulver eliminiert und als Pulver in den Mischprozeß eingespeist, traten keine Anklebungen auf und die Schüttgewichte betrugen 570 (verdichtet) und 650 (Fertigprodukt).

50 Beispiel 5

Beispiel 2 wurde wiederholt, jedoch die Trocknung im Sprühturm bei geringfügig erhöhter Temperatur durchgeführt, wodurch sich der Wassergehalt im Turmpulver um 1,5 % verringerte. Diese Pulver wurden unmittelbar am Turmaustrag entnommen und bei einer Temperatur von 80 bis 85 °C in der angegebenen 55 Weise verarbeitet. Es wurden folgende Schüttgewichte ermittelt:  
 Turmpulver 500 g/l, nach Verdichtung 661 g/l,  
 Fertigprodukt A 685 g/l,  
 Fertigprodukt B 729 g/l.

**Ansprüche**

1. Verfahren zur Erhöhung der Dichte sprühgetrockneter Waschmittel ohne Anwendung flüssiger Granulierhilfsmittel, dadurch gekennzeichnet, daß man das sprühgetrocknete, ein Schüttgewicht von wenigstens 350 g/Liter aufweisende Pulver kontinuierlich in eine zylindrische, horizontal angeordnete oder leicht gegen die Horizontale geneigte Mischtrommel mit glatter Innenwand einführt, in welcher axial eine Welle rotiert, die mit radial angeordneten Schlagwerkzeugen ausgestattet ist, deren Länge (gerechnet von der Mittelachse) 80 % bis 98 % des Innenradius der Trommel beträgt, und daß man die Rotationsgeschwindigkeit der Welle so reguliert, daß bei einer mittleren Verweilzeit des Pulvers in der Trommel von 10 bis 60 sec und konstantem Pulverdurchsatz die Froude-Zahl zwischen 50 und 1 200 liegt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Länge der rotierenden Werkzeuge 85 % bis 96 % des Innenradius der Trommel beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Schüttgewicht des zugeführten Turmpulvers 420 bis 550 g/l beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, daß die mittlere Verweilzeit des Pulvers 20 bis 50 sec. beträgt.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Froude-Zahl 100 bis 1 000 beträgt.
6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des Pulvers 50 ° C nicht überschreitet.
7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man dem Pulver bis zu 5 Gew.-% an feinteiligen Adsorbentien zumischt.
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß man dem Pulver 0,5 bis 3 Gew.-% an feinteiligem trockenem Zeolith zumischt.
9. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man mehrere Pulverkomponenten gleichzeitig verarbeitet.

30

35

40

45

50

55



(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 89101795.6



(22) Anmeldetag: 02.02.89

(31)

Int. Cl.<sup>5</sup>: C11D 11/00 , C11D 11/02

(30) Priorität: 10.02.88 DE 3803966

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
16.08.89 Patentblatt 89/33

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE ES FR IT LI NL

(88) Veröffentlichungstag des später veröffentlichten  
Recherchenberichts: 11.04.90 Patentblatt 90/15

(71) Anmelder: Henkel Kommanditgesellschaft auf  
Aktien

Postfach 1100 Henkelstrasse 67  
D-4000 Düsseldorf 1(DE)

(72) Erfinder: Jacobs, Jochen, Dr.

Am Acker 20  
D-5600 Wuppertal(DE)  
Erfinder: Jahnke, Ulrich, Dr.  
Robert-Koch-Strasse 5  
D-4019 Monheim(DE)  
Erfinder: Jung, Dieter, Dr.  
Am Eichelkamp 99  
D-4010 Hilden(DE)  
Erfinder: Löffelmann, Rudolf  
Erlenweg 44  
D-4018 Langenfeld(DE)  
Erfinder: Adler, Wilfried, Dr.  
Schlehdornweg 30  
D-5657 Haan(DE)

### (54) Verfahren zur Erhöhung der Dichte sprühgetrockneter Waschmittel.

EP 0 327 963 A3

(57) Die Dichte sprühgetrockneter Waschmittel wird ohne Anwendung flüssiger Granulierhilfsmittel dadurch erhöht, daß man das Pulver, das ein Schüttgewicht von wenigstens 350 g/l aufweist, kontinuierlich in eine zylindrische, horizontal angeordnete oder leicht gegen die Horizontale geneigte Mischtrommel mit glatter Innenwand einführt, in welcher axial eine Welle rotiert. Die Welle ist mit radial angeordneten Schlagwerkzeugen ausgestattet, deren Länge (gerechnet von der Mittelachse) 80 % bis 98 % des Innenradius der Trommel beträgt. Die Rotationsgeschwindigkeit der Welle wird so reguliert, daß bei einer mittleren Verweilzeit des Pulvers in der Trommel von 10 bis 60 sec und konstantem Pulverdurchsatz die Froude-Zahl zwischen 50 und 1 200 liegt.



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 89 10 1795

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)
A	US-A-4 320 105 (J.A. NELLI) * Patentanspruch 1; Figur 1; Spalte 3, Zeilen 24-42 * ---	1	C 11 D 11/00 C 11 D 11/02
A	US-A-3 360 865 (E.L. GALLE) * Patentansprüche 1,7,8 * ---	1	
D,A	EP-A-0 120 492 (HENKEL) * Patentansprüche 3,4 * -----	7-9	
RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.4)			
C 11 D			
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
DEN HAAG	12-01-1990	ROTS AERT L.D.C.	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet	T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze		
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist		
A : technologischer Hintergrund	D : in der Anmeldung angeführtes Dokument		
O : nichtschriftliche Offenbarung	L : aus andern Gründen angeführtes Dokument		
P : Zwischenliteratur	& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument		